IMETER Methode Nr.8 "Fluiddichte": Mittelwertsmessungen & Konzentrationskalibrierung

Automatisierte Bestimmung der Dichte-Konzentrationsbeziehung für Wasser und Alkohol

Kalibrierung bis 45 Vol.% Ethanol (Alkohol, Ethylalkohol)

©2016 IMETER - MessSysteme
Tel. (+49)(0) 821/706450

www.imeter.de

IMETER Anwendungen

In diesem Dokument wird ein automatisch erzeugter IMETER-Prüfbericht vorgestellt. Die Ausführlichkeit ergibt sich aus der Forderung, dass alle Variablen einer Messung dargestellt werden sollen. Variabel sind ja nicht nur die Messdaten, sondern auch Umstände, Abläufe und die Eigenschaften der Normale. Daher verfügt IMETER zum einen über eine Modelliersprache, um Mess- bzw. Steuerungsverfahren zu gestalten („*was soll der Fall sein*"), zum anderen über analytische Fähigkeiten, um zu bewerten, *was der Fall* ist und um darüber in Berichten Rückkopplung zu geben.

IMETER spart sehr viel Arbeitszeit ein, indem nicht nur das Messen, Steuern und Regeln, sondern auch die beurteilungsreife Darstellung automatisiert ist!

Die Einstellungsvorgaben des Berichts bestimmen dabei Art und Umfang der Informationsdarstellung. Anhand eines vollständigen Berichts wird der Anwender in die Lage versetzt, Plausibilität und Validität einer Messung detailliert zu überprüfen.

Der **Alkoholgehalt** wässriger Lösungen kann sehr genau über die Dichte bestimmt werden, wenn man dafür über eine Formel verfügt, die eine gemessene Dichte mit der Alkoholkonzentration verbindet. Diese Formel ist mit IMETER vergleichsweise einfach zu erhalten. Die Dichteänderung von *Wasser* durch zudosiertes *Ethanol* wird gemessen und mit der Dosiermenge ver-knüpft. Dabei wird praktisch so vorgegangen: In ein trockenes Temperiergefäß (Messzelle) wird eine genau abgewogene Menge Wasser gegeben, der Messkörper wird eingesetzt und das Gefäß mit dem Zellendeckel verschlossen, so dass nichts verdunstet. Die Vorlage wird in das IMETER-Gerät gestellt und temperiert. Sobald 25°C stabil erreicht sind, beginnt die Messung. Das Messprogramm ist so organisiert, dass zuerst die Dichte des vorgelegten Wassers bestimmt wird. Sobald dies getan ist, erscheint ein Dialog (mit akustischem Signal) und der Prüfer wird aufgefordert anzugeben, welche Menge an *Wasser* vorgelegt ist. Danach erscheint ein weiterer Assistenzdialog, der zur Zugabe auffordert und sogleich abfragt, wieviel *Ethanol* zugegeben wurde. – Die anfangs kleinen Mengen wurden hier mit einer µL-Spritze (die ausgewogen wird) zugegeben. Das Messprogramm sorgt mittels Bedienung des Rührers für eine gute Durchmischung und stellt sicher, dass die Temperatur im gewählten Rahmen bleibt. Dann wird die Dichte der Lösung einige Male gemessen. Wieder erscheint ein Dialog und ruft den Prüfer zur Zugabe einer weiteren Menge herbei. Es kann auch Lösung aus der Vorlage entfernt werden, um hohe Konzentrationen erfassen zu können. Der Dosier-Entnahme-Verfahrensteil läuft fort bis der Anwender den Ablauf beendet. Die Ergebnisse stehen sofort zur Verfügung. Bei der Anwendung der erhaltenen Formeln ist – wenn die Mischung Leitungswasser enthält – jedoch eine entsprechende Offset-Korrektur erforderlich.

Technische Vorteile: Zur Erklärung der unerhört hohen Qualität von IMETER Dichtemessungen sei auf die folgenden Umstände hingewiesen: (A) Es werden unabhängige Messwerte aufgezeichnet, die (B) als Mittelwerte die Messunsicherheit sehr verringern. (C) Die Mögliche Genauigkeit wird selbsttätig eingeschätzt, indem insbesondere die Qualität der Temperaturmessung mit der Wärmedehnung des Fluids bei der Temperatur abgeglichen wird. (D) Die Wägezelle kann innerhalb der Messung automatisch justiert werden, sodass keine Drifteffekte wirksam werden können. (E) Es wird ein technisches Messverfahren ohne systematischen Fehler angewendet (kein Meniskuseffekt, kein Halterungsauftrieb, keine Störung durch Niveauveränderung der Probe, keine Drift). (F) Nur wenige Handgriffe des Anwenders und Angaben in der Software sind notwendig, um ein komplett dokumentiertes Ergebnis zu erhalten. (G) So genau und auch noch einfach, wie in diesem Beispiel, können „Konzentrationen" mit anderen Mitteln weder hergestellt noch gemessen werden. (H) Viele komplexe Berechnungen werden von der Software automatisch ausgeführt und zu kompakten Ergebnissen, wie unmittelbar verwendbaren Kalibriergleichungen und anschaulichen Diagrammen, aufbereitet.

automatischer Report (55EA2DX16312B), imeter/MSB, Augsburg

ID N° 7299 - Fluid Dichte Konzentrationskalibrierung

Titel: **Wasser/Ethanol - Konzentrationsabhängigkeit**
Bemerkung: Konzentrationsabh. Wasser (A) - Ethanol 99.9% (absolut, G Chromasolv)
Individuelle Fehlerangaben zu Dosier- Entnahmeaktionen.

Ergebnis: **$\rho_{25°C}$ = 0,997049 ±0,0000081 g/cm³ (ρ° Wasser (A, DW, 5.5.))**
$\rho_{Bereich}$: 0,997035 - 0,931849 g/cm³

77 Dichtemessungen über 15 Konzentrationsstufen
$c_{Bereich}$: 95ppm - 40% Ethanol (Chromasolv) [$^m/_m$]

Report

Hinweis: *Dieser Bericht ist mit Kommentierungen versehen. - Die Erklärungen sind formatiert wie dieser Text. Nachfolgend wird eine kurze Erklärung zum Prinzip der Messung gegeben:*

Eigenschaft und Methode
Die Dichte *(spezifische Masse, Massekonzentration)* gibt das Verhältnis von Masse zu Volumen an. Sie ist eine temperaturabhängige Stoffkonstante. Die Dichte wird in diesem Verfahren nach der Auftriebsmethode (hydrostatische Wägung) bestimmt: *"Ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper (Messkörper) erscheint um so viel leichter, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt."* Damit aus der Auftriebskraft der Dichtewert definitiv berechnet werden kann, ist die Bestimmtheit des von Temperatur und Druck abhängenden Messkörpervolumens evident. Darüber hinaus wirkt sich die Mediumdichte (Luftdichte), in der die Wägung erfolgt, auf das Resultat aus. Die Relation von Messauflösung der Sensoren (Kraft, Temperatur), Messkörpermasse und -volumen, des Realisierungsgrades ausreichend ruhiger, isothermer Wägebedingungen sowie jeweilige (Mess-)Unsicherheiten aber auch die Wärmedehnung der Probe selbst bestimmen über die Genauigkeit der Ergebnisse. Bei der Bestimmung der Konzentrationsabhängigkeit der Dichte in binären Mischungen (wie in dieser Messung), wird eine Flüssigkeit vorgelegt und Mengen eines bestimmten Stoffes werden zugefügt. Über die Mengen- und Dichteänderungen wird eine für die Temperatur gültige Berechnungsgleichung aufgestellt, die es ermöglicht, dass aus der Dichte einer solchen Zweistoffmischung die Konzentration der Stoffe allgemein bestimmbar wird.

• Bestimmung der Konzentrationsabhängigkeit

Formulierung des Zusammenhangs von Dosis und Wirkung:
Bestimmt für Ethanol (Chromasolv) in Wasser (A, DW, 5.5.) im Konzentrationsbereich c=9,47·10^{-3} bis 40,0%. --- Mit der Gleichung I liegt eine *exzellente* polynomische Beziehung zwischen Dichte und Konzentration vor:

$$\rho\ [\mathrm{g/cm^3}] = f(c_{[\%]}) = 0{,}99708772 - 1{,}8046521\cdot10^{-3}\cdot(c) + 1{,}5092367\cdot10^{-5}\cdot(c)^2 + 5{,}4938882\cdot10^{-7}\cdot(c)^3 - 3{,}8673940\cdot10^{-8}\cdot(c)^4 + 4{,}5565651\cdot10^{-10}\cdot(c)^5$$

(mit r² = 0,9999961 und s = ±5,3·10^{-5} g/cm³)

Die Dichtemessung kann für dieses System zwischen ρ = 0,997035 bis 0,931849 g/cm³ zur Bestimmung der Konzentration mittels der Gleichung II *ebenso* angewendet werden:

$$c\ [\%] = f(\rho_{[\mathrm{g/cm^3}]}) = 808486{,}51 - 3414617{,}5\cdot\rho + 5406123{,}1\cdot\rho^2 - 3801911{,}7\cdot\rho^3 + 1001918{,}3\cdot\rho^4$$

(mit r² = 0,999971 und s = ±0,088 %)

Die zu den Gleichungen angegebene 'Standardabweichung' s ist die Standardabweichung der Grundgesamtheit der Werte gegen die Regressionsgleichung; der Korrelationskoeffizient r² stellt die Stärke der Abhängigkeit von Konzentration und Messwerten dar. Die Terme können zu Berechnungen ausschließlich im angegebenen Konzentrationsbereich und bei der Temperatur verwendet werden. .

- Mengenbilanz, Zusammenfassung des Dosierverfahrens -

Vorlage: Wasser (A, DW, 5.5.), Masse 60,2506±0,075 g, angegeben wurde der Wägewert 60,1935 g, Volumen 60,429 cm³, Dichte 0,997049 g/cm³ - sie wurde über den Datenbankeintrag 'Wasser' zur Temperatur ermittelt.
Zudosierung: Ethanol (Chromasolv), 14 Zugaben.
Wirkstoffkonzentration 785,12 ±-0,01 g/L, Dichte 0,78512 g/cm³, aus dem Datenbankeintrag für 'Ethanol' ermittelt. Die Unsicherheit zur Konzentration ist explizit angegeben. Temperaturangaben zur

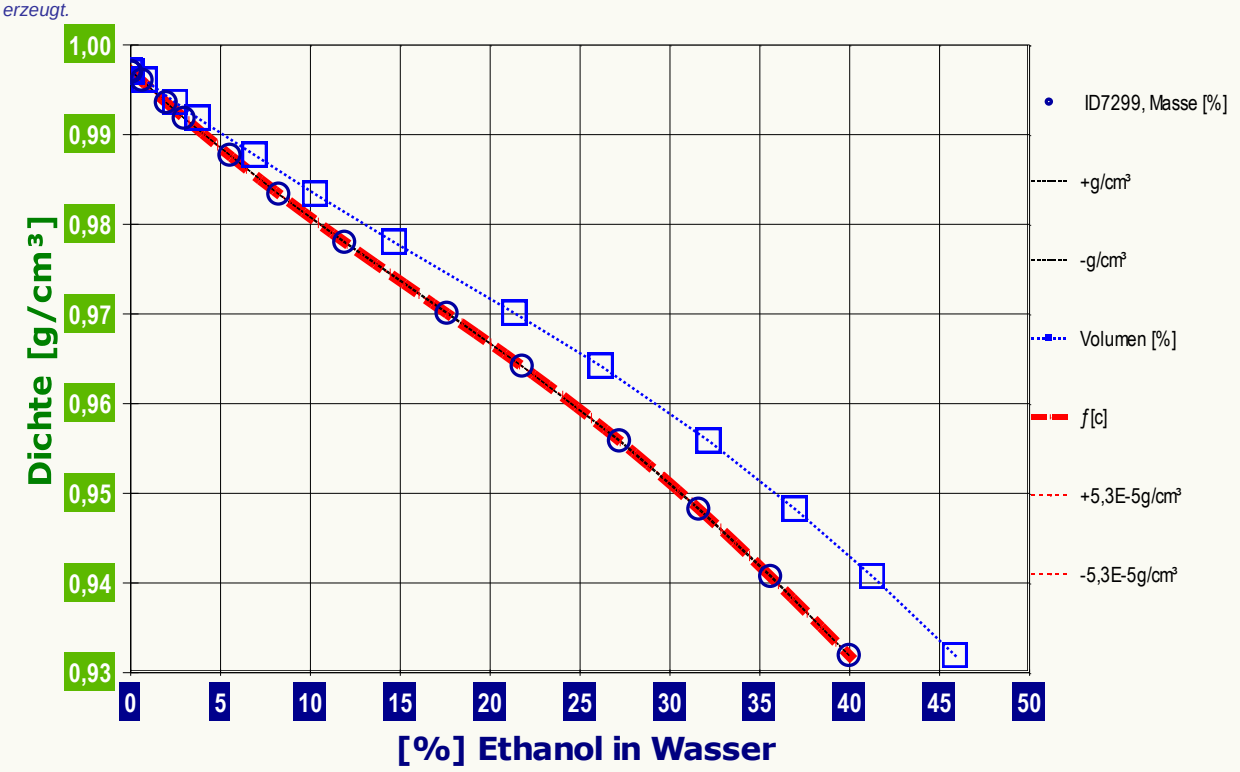
Dosierung als Festwert 25,00°C. Als gravimetrische Zugabe und Kennzeichnung als Reinstoff, da-

durch ist die Dosierkonzentration äquivalent zur Dichte; manuell ausgeführte Operationen / Dosierungen.

Entnahmen: 3 Entnahmen als Wägewert, manuell ausgeführt.

Mengenbilanz: Gesamte Entnahmemengen 26,66g (28,25cm³), zugefügte Mengen 31,72g (40,40cm³), finaler Inhalt der Messzelle oder Vorlage 65,31 g bzw. 72,58 ±0,35 cm³ (aus addierten Volumina), tatsächliches Endvolumen 70,09 cm³ (Mischungseffekt d.h. - *Volumendefekt -2,49*cm³ = 3,4%), am Ende in der Vorlage enthaltene Wirkstoffmenge: 26127,8 mg.

Die Zusammenfassungen (oben) stellen Ergebnisse und Umstände der Messung komprimiert zusammen. Einzelheiten zu den Vorgängen sind in den unten ausgegebenen Tabellen aufgelistet. Darin sind die Dosier- und Entnahmevorgänge, Intervalle sowie zugehörige Messwerte und Konzentrationen in zeitlicher Sequenz wiedergegeben. - Alle Volumen- und Gewichtsangaben werden über die jeweilige Dichte stets in Masse umgerechnet. - Die Gleichungen zu Dosis und Wirkung fassen die Verhältnisse kompakt zusammen und erlauben, die Dichte über die Konzentration einzustellen und die Konzentration über die Dichte zu ermitteln. Die Qualitätsaussage "exzellent" wird aus der Textübersetzung des Korrelationskoeffizienten "0,9999961" erzeugt.



*Das Diagramm **Konzentrationsverlauf** fasst das Ergebnis der Messung durch die Abbildung der Dichte gegen die Konzentration zusammen. Die Kreismarken stellen die jeweiligen (Mittel-)Werte der Dichte dar; die umgebenden feinen Linien bilden den Bereich der Messunsicherheit ab. Die Kreismarken beziehen sich auf Masse% (m/m), die Quadrate auf Volumen% (V/V). Als fette, gestrichelte Linie ist der Werteverlauf der Gleichung I eingezeichnet sowie deren Standardabweichung durch gepunktete Linien. (Die Fehlerbereiche dürften jedoch durch die Skala bedingt, kaum sichtbar sein.)*

Die **Haupttabelle** schlüsselt die Dosiervorgänge, *ρ*-Messwerte und vorliegende Konzentrationen in der zeitlichen Abfolge auf:

Die erste Datenzeile der Tabelle enthält mit "-5,3 (5)" und "ρ° 0,997049 g/cm³" die Angabe über den Ausgangswert der Dichte. Die Einträge bedeuten, dass der Ausgangswert der Mittelwert aus fünf Einzelmessungen ist und im Mittel 5,3 Minuten vor der ersten Dosierung in der Messung bestimmt wurde. Die Zeile 2. bedeutet den Vorgang einer Dosierung; 0,0057 Gramm der Lösung (rel. Unsicherheit 1,8%) wurden 15,3 Minuten nach Start der Messung hinzugefügt usw. Art und Zustandekommen der ρ-Messwerte wird in den weiter unten folgenden Tabellen detailliert beschrieben.

N°	Δm	u_m%	$t_{\Delta c}$	Δt_ρ	$\bar{\rho}$	c	u_c%	%	(m/m, V/V) .
1.	---	---	---	-5,3 (5)	0,997049	0	0		<60,43cm³>
2.	0,0057	1,8%	15,3	9,0 (5)	0,997036	0,094	1,7%	'	95ppm, 0,12‰
3.	0,0394	2,5‰	27,5	9,8 (5)	0,996911	0,747	3,2‰	'	0,75‰, 0,95‰
4.	0,3543	0,57%	40,8	10,4 (5)	0,996014	6,56	3,0‰	'	0,66%, 0,84%
5.	0,8337	0,24‰	54,7	9,4 (5)	0,993521	19,89	1,3‰	'	2,0%, 2,5%
6.	0,6297	0,32‰	67,6	10,2 (5)	0,991781	29,66	0,97‰	'	3,0%, 3,8%
7.	1,6777	3,0‰	81,1	9,4 (5)	0,987668	54,52	1,8‰	'	5,6%, 6,9%
8.	1,8872	0,16‰	94,4	19,0 (5)	0,983315	80,6	1,3‰	'	8,3%, 10%
9.	2,7379	2,9‰	116,6	16,7 (5)	0,977935	115,3	2,5‰	'	12%, 15%
10.	-9,5973	0,78‰	137,3	---	---	115,3	2,5‰	'	<60,89cm³>
11.	4,0629	0,49‰	139,7	19,2 (5)	0,970029	167,8	2,0‰	'	18%, 21%
12.	3,3637	0,30‰	162,4	13,6 (5)	0,964137	205,3	1,7‰	'	22%, 26%
13.	-9,6601	0,10‰	180,2	---	---	205,3	1,7‰	'	<60,09cm³>

14.	4,2060	0,12‰	182,8	17,1 (6)	0,955798	252,8	1,4‰	'	27%, 32%
15.	3,9301	0,13‰	203,7	19,4 (5)	0,948172	290,6	1,3‰	'	32%, 37%
16.	-7,40	1,4‰	226,9	---	---	290,6	1,3‰	'	<62,40cm³>
17.	3,5567	0,14‰	228,2	10,9 (5)	0,940662	324,1	1,2‰	'	36%, 41%
18.	4,4359	0,11‰	242,0	17,6 (5)	0,931849	360,0	1,1‰	'	40%, 46%

*Die Spalten der Tabelle zeigen von links nach rechts die folgenden Inhalte: (1. N°) ist die Zeilennummer, (2. Δm) die jeweilige Dosier- oder Entnahmemasse in Gramm, (3. u_m%) die zugehörige relative Massenunsicherheit, die aus der ursprünglich angegebenen absoluten Unsicherheit berechnet ist. (4. $t_{\Delta c}$) ist die Zeitpunktsmitte in Minuten der Konzentrationsänderung in Bezug auf den Start der Messung. Die nächste Spalte (5. Δt_ρ) gibt die Dauer in Minuten zwischen dem Dosierzeitpunkt und dem nachfolgendem Messwert an. In der Spalte (6.`ρ) wird der gemessene (Mittel-)Wert der Dichte in der Einheit [g/cm³] angegeben; weiter, die ideale Konzentration (7. c); 'ideal' meint die Konzentration, die sich aus den Massen und Volumina (per Dichten der Datenvorgaben) ergibt. Die Stellenzahl ist formatiert nach der beigeordneten relativen Unsicherheit (8. ±%), die aus der Fehlerfortpflanzung der individuellen Einzelfehler, die zu Vorlagen-, Dosier- und Entnahmemengen sowie zu Konzentrationsangaben angegeben wurden, ermittelt ist [die Konzentrationsunsicherheit nimmt mit relativ großen Dosierungen ab - relativ zum Fehler]. Falls verschiedene Konzentrationen dosiert wurden oder gravimetrische und volumetrische Operationen **gemischt** auftreten, wird der jeweilige Konzentrationsindex angegeben und mit 'm' für Masse-, 'w' für Gewicht- und 'v' für Volumen-Operationen gekennzeichnet. Manuelle Operationen sind mit einem Hochkomma (') gekennzeichnet. Gewichts- bzw. Wägewerte ('w') werden über Flüssigkeits-, Luft- und Kalibriergewichtdichte jeweils in wahre Massen umgerechnet. Die letzte Spalte gibt zur Orientierung die Konzentration als Massen-Mischungsverhältnis **(m/m)** und Volumenverhältnis **(V/V)** an.*
***Besonderheiten:** Spalte 5 Δt_ρ, dem zeitlichen Abstand von Dosierung und 'Wirkungsmessung', zeigt in der ersten Zeile den zeitlichen Mittelwert der Messzeiten vor der Dosierung und ggf. in Klammern, wieviele Messungen dazu stattfanden. - `ρ gibt Mittelwerte an (Einzelheiten zu den Messwerten und dem Verfahren finden sich im Abschnitt, der sich den Einzeldaten widmet). Sofern danach, d.h. in der Dosierphase, mehrere Messwerte ohne Dosierung aufeinander folgen, werden Mittelwerte in dieser Art angegeben.*
-- Bitte bei genauer Untersuchung der Ergebnisse zu beachten: Als 'Gewicht' gegebene Vorlage-, Dosier- oder Entnahmemengen werden bei der Bilanzierung durchweg in 'Wahre-Massen' (OIML) umgerechnet.

• Reale Konzentration, ideale Dichte und Mischungskoeffizient

Die Tabelle gibt Konzentrationen, Dichtewerte und Abweichungen zum gemessenen Wert sowie *Mischungskoeffizienten* (~Exzessvolumen) zu den bestimmten Konzentrationsstufen an.

N°	t	c_{real}	$^m/_m$ [%]	$\bar{\rho}$	ρ_{ideal}	$\Delta\rho_{\rho\varepsilon\lambda.}$	$\phi_{1/2}$-Koef.
1.	10	---	---	0,997049	0,997048	1,0ppm	1,0000010
2.	24	0,0960	0,00947	0,997036	0,997022	14ppm	1,0000136
3.	37	0,759	0,07489	0,996911	0,996846	66ppm	1,0000652
4.	51	6,670	0,6587	0,996014	0,995278	0,74‰	1,0007450
5.	64	20,25	2,0058	0,993521	0,991679	1,9‰	1,0019055
6.	78	30,23	2,99921	0,991781	0,989041	2,8‰	1,0028792
7.	91	55,67	5,550	0,987668	0,982330	0,54%	1,0058413
8.	113	82,49	8,264	0,983315	0,975291	0,82%	1,0091772
9.	133	118,4	11,94	0,977935	0,965928	1,2%	1,0146009
10.	159	173,6	17,63	0,970029	0,951766	1,9%	1,0245294
11.	176	213,3	21,81	0,964137	0,941618	2,3%	1,0326628
12.	200	264,2	27,22	0,955798	0,928808	2,8%	1,0434573
13.	223	304,3	31,64	0,948172	0,918600	3,1%	1,0520973
14.	239	340,2	35,63	0,940662	0,909565	3,3%	1,0596547
15.	260	378,0	40,00	0,931849	0,899878	3,4%	1,0676457

*In der Tabelle wird in Spalte 2 mit 't' der mittlere Minutenzeitpunkt der Bestimmung (als Orientierungshilfe) nochmals angeführt. Die tatsächlich anzugebende Konzentration, c_{real} aus dosierter Menge und ermittelten Dichtewerten ist in der Einheit 'g/L' (korrekt: mg/cm³) in Spalte 3 angegeben. In Spalte 5 ist die Massekonzentration $^m/_m$ in Prozentteilen zu entnehmen. Die Einheit der Dichteangaben (**ρ**) ist 'g/cm³'. Mit ρ_{ideal} (5.) wird der Dichtewert angeführt, der sich aus den Datenvorgaben ergibt, wenn keine Volumenbeeinflussung durch einen Mischungseffekt auftritt. In der 6.Spalte, **Δρ**, wird der relative Unterschied zwischen idealer und realer Dichte angegeben. Der Mischungskoeffizient $\phi_{1/2}$, in Spalte 8 gelistet, hat keine physikalische Dimension. Er ist spezifisch für die Stoffkombination und bezieht sich auf Vorgabe- bzw. **Datenbankangaben zu den Dichten der Komponenten**. Da auf den Datenbankangaben bei diesbezüglichen Konzentrationsmessungen die Gehaltsberechnungen beruhen.*

Der Mischungskoeffizient, $\phi_{1/2}$, ist zur Konzentrationsbestimmung bei entsprechenden Dichtemessungen anzuwenden. Er repräsentiert indirekt das Exzessvolumen und ist eine Funktion der jeweiligen Dichte. Er kann durch Einsetzen des Dichtewertes **ρ'** in der folgenden Gleichung erhalten werden

$$\phi_{1/2} = -225{,}6946+709{,}6576\cdot\boldsymbol{\rho'}-739{,}0345\cdot\boldsymbol{\rho'}^2+256{,}0708\cdot\boldsymbol{\rho'}^3 \qquad (r^2=0{,}99979,\ s = 3{,}8\cdot10^{-4}).$$

• Vergleich des Anfangswertes (ρ°)

	Referenz	Messung	Δ absolut	Δ relativ	Δ / u
ρ	0,997048	0,997049	+0,000001 g/cm³	1ppm	@
$-^{\Delta\rho}/_{\Delta T}$	0,000256	0,000087	-0,000169 g/cm³·K^{-1}	70%	@

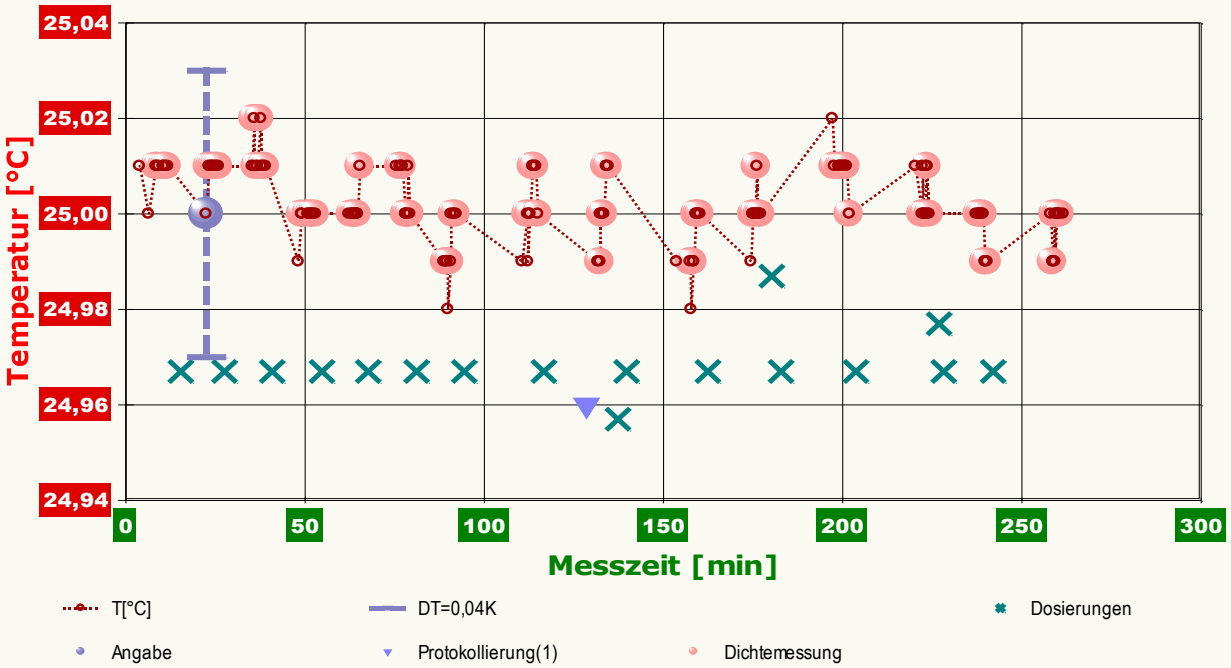
*Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'WASSER' gefunden werden, stellt die Werteübereinstimmung dar. Der Unterschied wird als absolute Differenz "Probenmesswert minus Referenzwert" und als relative Abweichung angegeben. Das Symbol ρ steht für die Messgröße, $-^{\Delta\rho}/_{\Delta T}$ für die absolute Änderung bei einem Grad Temperaturabnahme (bei 25°C); die Zahl zu "**Δ u**" gibt ggf. an, um welchen Faktor die*

*absolute Differenz von Mess- und Referenzwert größer ist als die angenommene Messunsicherheit. Das Zeichen "@" bringt zum Ausdruck, dass bei der Messgröße kein signifikanter Unterschied zwischen Mess- und Referenzwert auftritt. Die Aussagekraft von '**Δ u**' hängt stark davon ab, ob ein hinreichend großes Temperaturintervall durchmessen wird - was hier evtl. nicht der Fall ist.*

- **Einzelheiten zur Dichtemessung**

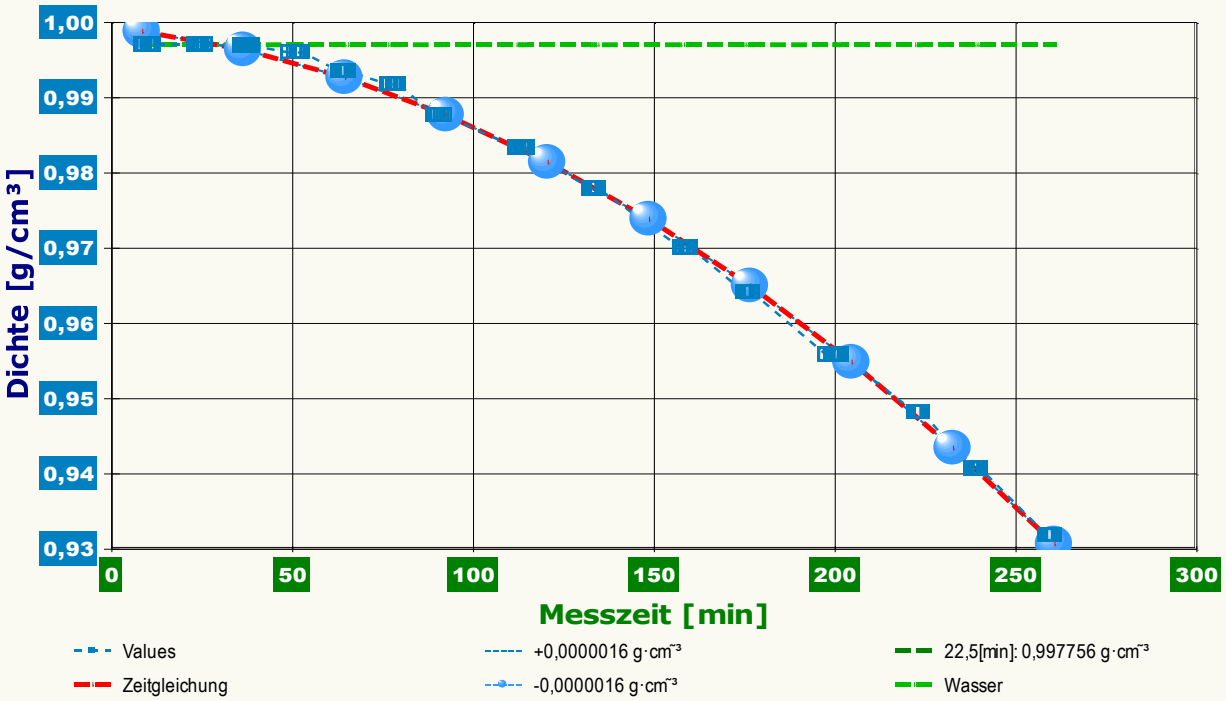
- **77 Dichtemesswerte**
  Gesamte Dauer vier Stunden; Temperaturverlauf im gesamten Zeitraum in etwa isotherm bei 25°C.

Diagramm 'Temperaturprofil':



Im Diagramm "Temperaturprofil" wird eine Übersicht zum zeitlichen Verlauf der Vorgänge und der jeweils aufgezeichneten Temperatur gezeigt. Die Grafik hat informativen Charakter und dient der Rückkopplung und Zusammenfassung. -- Zur Bedeutung der eingezeichneten Symbole: Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an; die kugelförmigen Marken stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Auftriebsmesswerten. Die x-Kreuze referieren die Zeitpunkte von Mengenbewegungen (Dosierungen und/oder Entnahmen) und je nach Methode zugleich die zur Operation gehörende Temperaturablesung (-> Volumen/Konzentrationsbezug).

Diagramm 'Messwerte - Zeitverlauf':



Im Diagramm "Messwerte - Zeitverlauf" sind die einzelnen Messwerte als Kreissymbole in zeitlicher Sequenz abgebildet. Der ausgewiesene Angabewert ist bei 22,5 min (25°C) als Kugelmarke eingezeichnet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Unsicherheitsbereich markiert. Als gestrichelte Linie werden Datenbank-Referenzwerte von 'Wasser' temperaturkompensiert herangezogen.

• Datentabelle

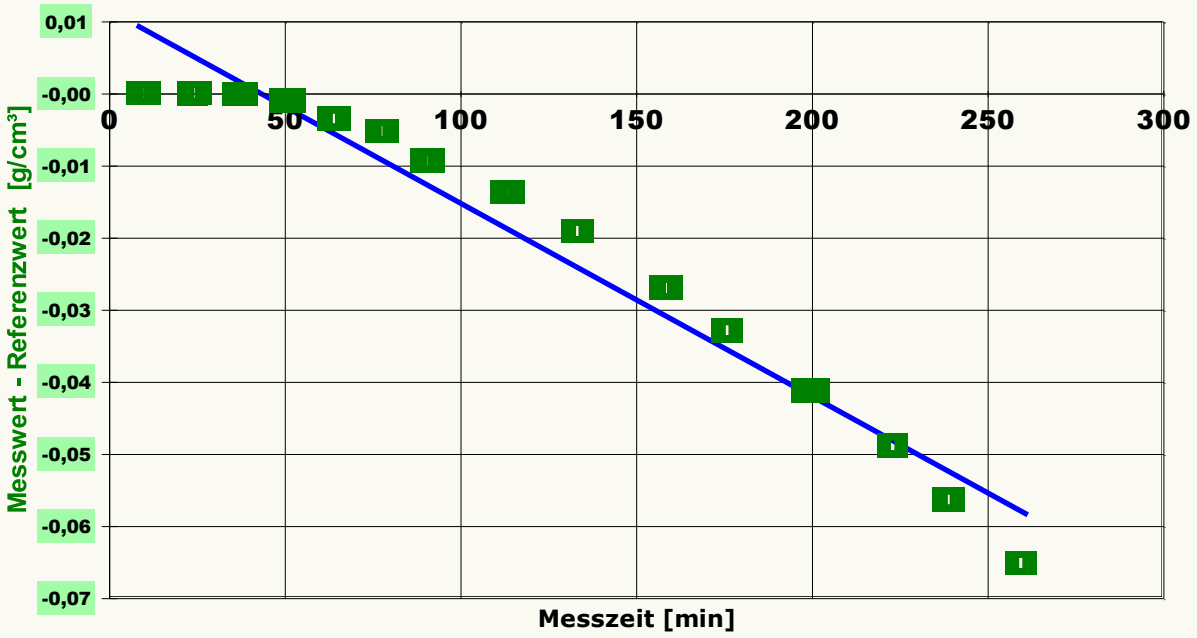
Die nachfolgende Aufstellung gibt die Daten zu den Einzelergebnissen an.

N°	*t*[min]	*T*[°C]	*ρ*[g/cm³]	Δ*ρ*[g/cm³]	*W* [g]	ΔW_t[g]	Δ*t*[s]	*N*
1.	8,4	25,01	0,9970503	0,0000000	40,1180	-	3,2	4
2.	9,0	25,01	0,9970472	0,0000009	40,1183	-0,0001	2,1	3
3.	10,3	25,01	0,9970464	0,0000010	40,1184	-0,0001	2,1	3
4.	10,9	25,01	0,9970513	0,0000000	40,1179	-	1,1	2
5.	11,5	25,01	0,9970503	0,0000000	40,1180	-	1,1	2
6.	23,0	25,01	0,9970354	0,0000000	40,1195	-	3,2	4
7.	23,7	25,01	0,9970365	0,0000000	40,1194	-	1,1	2
8.	24,3	25,01	0,9970344	0,0000000	40,1196	-	1,1	2
9.	24,9	25,01	0,9970325	0,0000000	40,1198	-	1,1	2
10.	25,8	25,01	0,9970414	0,0000000	40,1189	-	1,1	2
11.	35,7	25,02	0,9969149	-0,0000009	40,1317	0,0001	2,1	3
12.	36,3	25,01	0,9969098	0,0000000	40,1322	-	1,1	2
13.	37,3	25,02	0,9969098	0,0000000	40,1322	-	1,1	2
14.	38,1	25,01	0,9969118	-0,0000010	40,1320	0,0001	1,1	2
15.	38,9	25,01	0,9969108	0,0000000	40,1321	-	1,1	2
16.	49,0	25,00	0,9960109	0,0000000	40,2231	-	1,1	2
17.	50,6	25,00	0,9960179	0,0000010	40,2224	-0,0001	2,1	3
18.	51,4	25,00	0,9960150	0,0000000	40,2227	-	5,3	6
19.	52,1	25,00	0,9960129	0,0000000	40,2229	-	1,1	2
20.	52,8	25,00	0,9960119	0,0000000	40,2230	-	1,1	2
21.	62,9	25,00	0,9935207	0,0000000	40,4749	-	1,1	2
22.	63,6	25,00	0,9935198	0,0000000	40,4750	-	1,1	2
23.	64,0	25,00	0,9935198	0,0000000	40,4750	-	1,1	2
24.	64,5	25,00	0,9935217	0,0000009	40,4748	-0,0001	2,2	3
25.	65,3	25,01	0,9935207	0,0000000	40,4749	-	1,1	2
26.	76,4	25,01	0,9917752	0,0000000	40,6514	-	1,1	2
27.	77,0	25,01	0,9917772	0,0000010	40,6512	-0,0001	3,2	4
28.	78,0	25,00	0,9917742	0,0000000	40,6515	-	1,1	2
29.	78,5	25,00	0,9917723	0,0000000	40,6517	-	2,1	3
30.	79,2	25,00	0,9918048	-0,0000040	40,6484	0,0004	5,3	6
31.	89,2	24,99	0,9876621	0,0000000	41,0673	-	1,1	2
32.	89,6	24,99	0,9876591	0,0000000	41,0676	-	1,1	2
33.	90,3	24,99	0,9876700	0,0000000	41,0665	-	1,1	2
34.	91,3	25,00	0,9876739	0,0000010	41,0661	-0,0001	2,1	3
35.	92,1	25,00	0,9876760	0,0000000	41,0659	-	1,1	2
36.	111,9	25,00	0,9833127	0,0000000	41,5071	-	1,1	2
37.	112,6	25,00	0,9833117	-0,0000010	41,5072	0,0001	2,1	3
38.	113,4	25,01	0,9833166	0,0000000	41,5067	-	1,1	2
39.	114,0	25,01	0,9833186	0,0000000	41,5065	-	1,1	2
40.	114,9	25,00	0,9833177	0,0000000	41,5066	-	1,1	2
41.	132,2	24,99	0,9779396	0,0000000	42,0504	-	1,1	2
42.	132,7	25,00	0,9779357	0,0000000	42,0508	-	1,1	2
43.	133,2	25,00	0,9779336	0,0000000	42,0510	-	2,1	3
44.	133,9	25,01	0,9779336	0,0000000	42,0510	-	1,1	2
45.	134,5	25,01	0,9779336	0,0000000	42,0510	-	1,1	2
46.	157,4	24,99	0,9700319	0,0000000	42,8500	-	1,1	2
47.	158,2	24,99	0,9700299	-0,0000010	42,8502	0,0001	2,1	3
48.	159,0	25,00	0,9700270	0,0000000	42,8505	-	1,1	2
49.	159,6	25,00	0,9700260	0,0000010	42,8506	-0,0001	2,1	3
50.	160,1	25,00	0,9700280	-0,0000009	42,8504	0,0001	2,1	3
51.	174,9	25,00	0,9641368	0,0000000	43,4461	-	3,2	4
52.	175,4	25,00	0,9641368	0,0000000	43,4461	-	1,1	2
53.	175,9	25,01	0,9641397	0,0000011	43,4458	-0,0001	2,1	3
54.	176,5	25,00	0,9641377	0,0000000	43,4460	-	1,1	2
55.	177,1	25,00	0,9641356	0,0000000	43,4462	-	1,1	2
56.	197,6	25,01	0,9557859	0,0000000	44,2905	-	1,1	2
57.	199,2	25,01	0,9557948	0,0000000	44,2896	-	1,1	2
58.	199,7	25,01	0,9557958	0,0000000	44,2895	-	1,1	2
59.	200,3	25,01	0,9557968	0,0000000	44,2894	-	1,1	2
60.	200,9	25,01	0,9558027	0,0000000	44,2888	-	1,1	2
61.	201,8	25,00	0,9558107	0,0000011	44,2880	-0,0001	4,2	5
62.	222,1	25,00	0,9481709	-0,0000010	45,0605	0,0001	1,1	2
63.	222,6	25,00	0,9481719	0,0000000	45,0604	-	1,1	2
64.	223,0	25,00	0,9481719	0,0000000	45,0604	-	1,1	2
65.	223,5	25,01	0,9481719	-0,0000010	45,0604	0,0001	2,1	3
66.	224,1	25,00	0,9481719	0,0000010	45,0604	-0,0001	1,1	2

67.	237,8	25,00	0,9406627	0,0000000	45,8197	-	1,1	2
68.	238,5	25,00	0,9406607	-0,0000010	45,8199	0,0001	1,1	2
69.	239,1	25,00	0,9406587	0,0000010	45,8201	-0,0001	2,1	3
70.	239,6	24,99	0,9406607	0,0000009	45,8199	-0,0001	5,3	6
71.	240,3	24,99	0,9406657	0,0000000	45,8194	-	1,1	2
72.	258,5	24,99	0,9318531	0,0000000	46,7105	-	1,1	2
73.	259,0	25,00	0,9318520	0,0000000	46,7106	-	1,1	2
74.	259,7	25,00	0,9318481	0,0000000	46,7110	-	1,1	2
75.	260,2	25,00	0,9318471	0,0000000	46,7111	-	1,1	2
76.	260,6	25,00	0,9318461	0,0000009	46,7112	-0,0001	1,1	2

*In der Tabelle gibt die Spalte '**t**' den Zeitpunkt des Messwertes, '**T**' die Temperatur und '**ρ**' den Dichtewert an. - In der Aufstellung werden auch diagnostische Daten ausgegeben: In der Kolumne '**Δρ**' wird ggf. die Änderung der Dichte während der Akquisitionszeit des Messwertes wiedergegeben; mit '**Δt**' wird die Messdauer der jeweiligen Beobachtung bezeichnet. Mit '**W**' wird der Wäge-Endwert wiedergegeben - in der Dokumentation entspricht er dem Wert 'W2', an welchem für 'W2*' Korrekturen (Meniskus) vorgenommen wurden. Die Rubrik '**ΔW_t**' gibt die zuvor eingetretene Änderung des Wägewertes wieder. Mit '**N**' wird die Zahl der dabei aufgezeichneten Wägewerte angegeben.*

Diagramm 'Residuen':



Referenzwerte für 'Wasser' n.d.Gl. f(T [°C])=(6.5592063E-05·T ^5 - 1.1225639E-02·T ^4+1.0026530·T³-90.968893·T² + 679.48991·T + 9998425.9)/1E7
Abweichung: f(t[min]) = 0,0116 -2,68E-4·[min], r²= 0,960 (Mw -0,0218 g·cm⁻³)

Das Chart "Residuen" zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Messwerte zum Referenzwert in der zeitlichen Sequenz der Messung. - Das Diagramm löst den Wertebereich vollständig auf. Dies führt mitunter dazu, dass auch Unterschiede weit unterhalb der Bestimmtheit von Ergebnis- oder Referenzwerten angezeigt werden.

- **Messkörper**

  Eingesetzter Messkörper '**Quarz-Standard**', Masse 140,9169±0,00015 g, Volumen$^{(25°C)}$ 101,1026±0,00015 cm³, kubischer Ausdehnungskoeffizient $1{,}41\cdot10^{-6}K^{-1}$. Die Druckangabe, die im Ergebnis angegeben ist, wird aus der Luftdichte zum Angabezeitpunkt ermittelt (p_{abs}=93,0 kPa) und aus dem hydrostatischen Druck (p_H=0,318 kPa), der auf den Messkörper in der mittleren Eintauchtiefe von 33 mm wirkt. Die Kompressibilität des Messkörpers wird nicht gesondert in Betracht gezogen.

- **Messunsicherheit**

  Die Messauflösung der Wägeeinheit (0,1 mg) erlaubt mit dem Messkörper und bei der Fluiddichte die maximale Auflösung zu 0,0000010g/cm³ (1,0ppm). Die für die Messung angegebene Messunsicherheit der Wägung (±0,2 mg) bedeutet messkörperbezogen $\pm2{,}0\cdot10^{-6}$ g/cm³. Die Fehlerfortpflanzung der Messkörperdaten ergibt eine Unsicherheit von $\pm1{,}6\cdot10^{-6}$ g/cm³. Entscheidend ist jedoch die Unsicherheit durch die Temperaturmessung: Bezogen auf die Dichte und Wärmedehnung von *Wasser (Referenzwert)* erlaubt die Messauflösung des Temperatursensors (0,01 K) die Auflösung der Dichte zu $\pm2{,}6\cdot10^{-6}$ g/cm³ anzugeben. Die einschränkend vorgegebene Unsicherheit der Temperaturmessung (±0,03 K) bedeutet demnach eine Unsicherheit von $\pm7{,}7\cdot10^{-6}$g/cm³. Insgesamt wird somit die Messunsicherheit zu **$\pm8{,}1\cdot10^{-6}$ g/cm³** bestimmt.

• Technisches Verfahren

Die Werte wurden mit der genauen Methode (Meniskuseliminierung, *IMETER-Patentverfahren*) bestimmt, wodurch also die einzelnen Auftriebsmessungen voneinander unabhängig sind und systematische Fehler durch die Messkörperaufhängung/Phasengrenze sowie durch die Eintauchtiefe ausgeschlossen werden. -- Die Absenkung des Messbehälters vor der Auftriebsmessung von 1,957 mm führt mit der Querschnittsfläche der Aufhängung (Ø = 0,0314 mm²) zu einer Korrektur der Auftriebskraft über das Volumen 0,061 mm³ bei jeweiliger Flüssigkeitsdichte.

Anhand des dokumentierten Verfahrens, des Zeit- und Temperaturverlaufs, der Ausgabe der Tabelle, der Messkörperdaten sowie der evaluierten Unsicherheiten (insbesondere derer, die erst durch den Temperaturgang des Messgegenstands offenbar werden) werden in diesem Bericht Informationen ausgegeben, die die Überprüfung der Einzelwerte ermöglichen und weitere Schlussfolgerungen erlauben können.

……

• Datenbankvergleich zum Anfangswert (ρ°)

1. **Wasser**[1]	0,997048	0,0%
2. **Wasser**, SMOW[1]	0,997048	0,0%
3. **Wasser**, Augsburg, Dest.[1]	0,997043	0,0%
4. Medichem-**Wasser**[1]	0,997060	0,0%
5. **Wasser** (40°+)[1]	0,997163	0,0%
6. Morpholin[2]	0,9959	0,1%
7. "Diol 1"[1]	1,000603	0,4%
8. TEGO Polyether[1]	1,00500	0,8%
9. Liquor cerebrospinalis[2]	1,007	1,0%
10. Skydrol LD-4[1]	1,00801	1,1%
11. 2-Nitropropan[2]	0,9835	1,4%
12. Ethanolamin[2]	1,0136	1,7%
13. Pyridin[1]	0,9786	1,9%
14. Mehylformiat[2]	0,9672	3,0%

(Vergleichsstoffe nur aus dem Referenzdatenbestand) [1]Referenzwert für 25°C berechnet, [2]tabellierter Referenzwert.

Die Liste wird in fallender Reihenfolge der Übereinstimmung aus den besten Treffern in den Einträgen der Referenzdatenbank generiert. Die Vergleichs-daten werden in der Präzision der jeweiligen Eintragsangabe formatiert und die relative Abweichung zum Angabewert der Messung angegeben.

……

In diesem Bericht werden nicht alle verfügbaren Diagramme ausgegeben. Sie können die Ausgabe der Grafiken durch Aktivierung der entsprechenden "Checkboxen" (unter der Registerkarte "Optionen") bewirken.
Nicht angezeigte Charts: *Diagramm 2, "Dichte/Temperatur", zeigt die 77 Dichtemesswerte in Temperaturabhängigkeit an. Je nach den gewählten Messumständen bzw. Einstellungen können Temperaturabhängigkeit zusammen mit Referenzvergleichen abgebildet werden. ZuDiagrm 5, "Ausdehnungs-Koeffizient", zeigt die Änderung des Zeitkoeffizienten aus der Ableitung der Dichte-Verlaufsgleichung an.*
Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen: *Datenbankvorschläge anzeigen, Erläuterungstexte, detaillierte Ergebnisse, allgemeine Angaben, Vergleichsanalyse, formatierte Tabellen, Prüfmittelüberwachung, Berichtseinstellungen, Authentifizierungen.*
Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen: *Bearbeitungshinweise, Audit-Trail, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, sensorische Zusatzdaten + IFG-Ereignisse werden nicht angezeigt.*
Wägewerte *sind - wenn nicht anders ausgezeichnet - konventionelle Wägewerte (OIML);* ***Temperaturangaben*** *beziehen sich auf die Skala der ITS-90.*
Standardabweichungen: *Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen (s) bzw. Varianzen (s²) qualifiziert. Diese Streuungsangabe wird berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu dem berechneten Funktionswert (der dem Einzelwert entsprechen soll) dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für ±(Mess-)Unsicherheiten stets einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der (empirischen) Werte.*
Form und Informationsfülle *des Prüfberichts ist dadurch bedingt, dass Messdaten durch die zahlreichen Freiheitsgrade sehr vielgestaltig auftreten können. Die Variablen der Messung müssen vollständig dargestellt werden können, um verifizierbar zu sein. Vollständigkeit ist Voraussetzung für die Überprüfbarkeit und Haltbarkeit der Resultate sowie abgeleiteter Schlussfolgerungen. Nicht zuletzt erfordern einschlägige Bestimmungen (GxP, FDA cfr.11/21 etc.) zusammen mit schlicht zeitökonomischen Erwägungen diesen hiermit Großteils erledigten Aufwand. [Prüfberichte, wie dieser, werden dynamisch aus Metadaten erzeugt und benötigen daher sehr wenig Speicherplatz in der Datenbank]. Bei Routinemessungen und/oder für die evtl. parallel noch papieren geführte Ablage sollten die Prüfberichte zur Ressourcenschonung durch entsprechende Einstellungen der Formatier- und Ausgabeoptionen auf das Wesentliche gekürzt werden. Das ganze 'File', inklusive der zu Grunde liegenden Rohdaten, ist stets über die ID (hier Nummer 7299, Datenbank imeterData14) auffindbar und als Referenz oder Vergleich nutzbar. Ggf. enthalten nachfolgend ausgegebene Informationen, je nach Einstellungen und Berichtsvorlage (Stil = 'standard-i2'), verschieden detaillierte Begleitinformationen, wie die Angaben zur Ausführung der Messung, den Audit-Trail und Hinweise zur Prüfmittelüberwachung.*

……

Prüfmittel

Das Wägesystem (WZ224-CW) wurde zuletzt während dieser Messung bei einem 1-Tage Intervall der Prüfmittelüberwachung justiert.
IMETER ID16405542: Systemdaten: Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit*) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse*) 8,000 g/cm³, Luftdichte*) 1,08 kg/m³; Umrechnungen von Masse nach Kraft mit dem Wert 9,80769 m/sec² für die Fallbeschleunigung*). Die Messauflösung der Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit*) 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 4.1.111, LizenzN° *3037-4759*, Windows 5.1- Betriebssystem auf PC Ser.N°143431694 (C, iTop).

Zwei Justierungen der Wägezelle während der Messung:

1.	Zeit: 1,3	[min]	Korrektur: -0,0012	[g]
2.	Zeit: 74,8	[min]	Korrektur: -0,0001	[g]

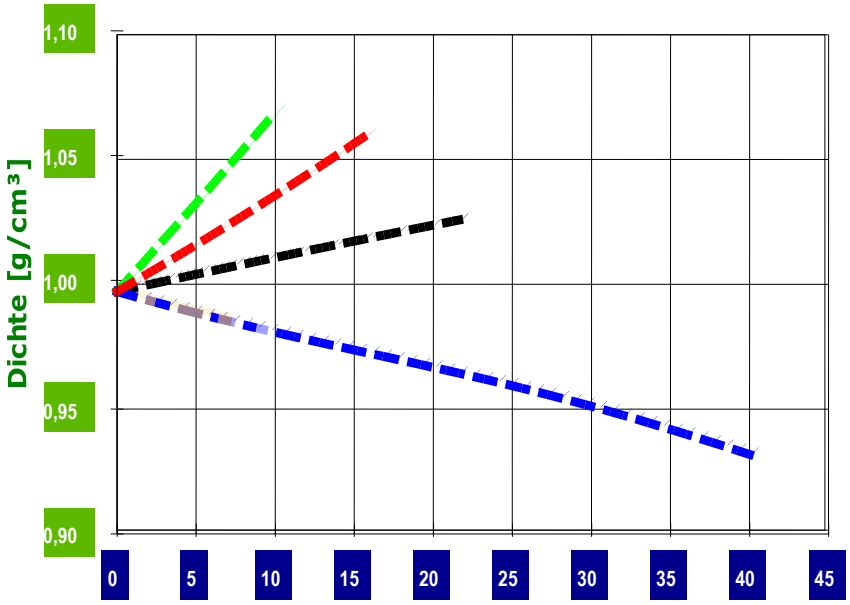
Die während der Messung automatisch ausgeführten Wägezellen-Justierungen sind mit relativem End-Zeitpunkt und korrigierter Abweichung oberhalb dokumentiert (die kompletten Kalibrier- und Justierprotokolle sind in der Datei 'imeterData14.cal' gesondert gespeichert).

Report created by IMETER

An die Stelle der Messzelle als Vorlage kann ein Rührkessel treten und Anstelle des Zwecks, der Ermittlung der Konzentrationsabhängigkeit (*Dichtekalibrierung*), die Herstellung eines wohldefinierten *Produkts*. – Derartige Anwendungen sind übrigens mit anderen Dichtemessverfahren technisch kaum realisierbar, da die parallele Veränderung von Oberflächenspannung und Viskosität für anders instrumentierte Verfahren ziemlich problematisch ist.

„Der automatische Bericht präsentiert die Datenlage und führt eine (Vor-)Interpretation aus. Die Tabellendaten sind in Spalten Tab-separiert und können somit sehr einfach z.B. in Excel weiteranalysiert werden.

Jeder, der Messreihen zusammenfasst, forscht, auswertet, QS-Statistiken führt etc., kennt den Fall, dass manche Werte nicht ins Bild passen. Ausreißer? Die Dokumentation von Messungen, wie sie IMETER bietet, erlaubt es, sehr viel später noch die Plausibilität zu überprüfen. Das spart Zeit, Geld und Nerven, gibt Sicherheit und fördert Entdeckungen.



[%] Ethanol, 2-Propanol, Essigs., NaCl, Saccharose

Das Diagramm zeigt zum Vergleich einige Ergebnisse von IMETER-Messungen zur Konzentrationsabhängigkeit der Dichte. Essigsäure, Salz (NaCl), Zucker (Saccharose) erhöhen die Dichte.

IMETER

Messtechnik - nachhaltig zusammengefasst

Intelligenter messen.

- *Feststoff- und Flüssigkeitsdichte, Ausdehungskoeffs.*
- *Grenz-, Oberflächenspannung und ~Energie*
- *Viskosität, Rheologie, Konsistenz, Textur*
- *(Aus-)Härtungszeit, Porosität, Sorptivität u.v.a.*
- *freie und spezifische Automationen*

©2016 IMETER/MSB Breitwieser MessSysteme
Verantwortung: Michael Breitwieser,
Morellstrasse 4, D-86159 Augsburg
Tel. (+49/0)821/706450, Fax (0)821/7473489
www.imeter.de

IMETER - Dienstleistungen:
www.imeter.de/adienstleistungen.html

Probieren Sie's einfach!